

Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

ZAVRŠNI RAD

Luka Krizmanić

Zagreb, 2016.

Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

ZAVRŠNI RAD

Mentor:
Prof. dr. sc. Davor Zvizdić, dipl. ing.

Student:
Luka Krizmanić

Zagreb, 2016.

Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno koristeći znanja stečena tijekom studija i navedenu literaturu.

Zahvaljujem se svome mentoru, Prof. dr. sc. Davoru Zvizdiću na stručnim savjetima, i pomoći.

Posebno bih se zahvalio Dr. sc. Danijelu Šestanu na velikoj pomoći i konzultacijama tijekom ispitivanja i mjerenja u laboratoriju kao i pri izradi završnog rada.

Luka Krizmanić



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za završne ispite studija strojarstva za smjerove:
procesno-energetski, konstrukcijski, brodogradnja i inženjersko modeliranje i računalne simulacije

Sveučilište u Zagrebu	
Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa:	
Ur.broj:	

ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Luka Krizmanić**

Mat. br.: 0035183115

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Ispitivanje termostatiranih mjeriteljskih kupelji**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Testing of thermostatic metrology baths**

Opis zadatka:

Za potrebe umjeravanja mjerila temperature potrebno je ispitati radni prostor mjeriteljskih kupelji odnosno ispitati horizontalne i vertikalne gradijente te vremensku stabilnost temperature u njihovom radnom prostoru. Vremensku stabilnost potrebno je odrediti u periodu od 30 minuta u svim ispitnim točkama. Ispitivanje uključuje:

- Vodenu/alkoholnu kupku Kambič OB-50/LT-2, Φ 320 x 400 mm u temperaturnom području od -30 °C do 10 °C (s alkoholom) i od 10 °C do 80 °C (s vodom).
- Alkoholnu kupku Isotech 915LW, Φ 100 x 400 mm s bakrenim izotermalnim blokom s četiri provrta. Radno područje: -60 °C do 20 °C.

U radu je potrebno:

- Dati kratak opis kupelji sa skicama radnog prostora i shemama dijelova i elemenata regulacije.
- Opisati postupke za karakterizaciju zona kontrolirane temperature, što uključuje utvrđivanje horizontalnih i vertikalnih gradijenata, stalnosti i dinamike zagrijanja/hlađenja.
- Definirati i opisati ispitni postupak sa skicama mjernih linija.
- Sastaviti mjernu liniju za ispitivanje koristeći postojeće uređaje i pomoćnu opremu koja je na raspolaganju u FSB-LPM.
- Priložiti rezultate ispitivanja sa procijenjenim doprinosima zona ukupnoj mjernoj nesigurnosti usporedbenog umjeravanja.

U radu navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:

25. studenog 2015.

Rok predaje rada:

- 1. rok:** 25. veljače 2016
2. rok (izvanredni): 20. lipnja 2016.
3. rok: 17. rujna 2016.


Predviđeni datumi obrane:

- 1. rok:** 29.2., 02. i 03.03. 2016.
2. rok (izvanredni): 30. 06. 2016.
3. rok: 19., 20. i 21. 09. 2016.:

Zadatak zadao:


Prof. dr. sc. Davor Zvizdić

Predsjednik Povjerenstva:


Prof. dr. sc. Igor Balen

SADRŽAJ

SADRŽAJ	I
POPIS SLIKA	III
POPIS TABLICA	IV
POPIS OZNAKA:	V
SAŽETAK	VI
SUMMARY	VII
1. Uvod	1
2. Općenito o ispitivanju termostatiranih kupki	2
3. Zona umjeravanja	4
3.1. Izotermalni blok	4
3.2. Kupka bez izotermalnog bloka	5
4. Korištena oprema	6
4.1. Termostatirana kupka Kambič OB-50/LT-2	7
4.2. Termostatirana kupka Isotech 915LW	9
4.3. Termometri za umjeravanje	11
4.4. Oprema za mjerenje otpora termometara	12
5. Postupak ispitivanja	14
5.1. Uvjeti okoliša i priprema mjerenja	14
5.2. Određivanje stalnosti temperature u kupki	15
5.3. Homogenost temperature u radijalnom smjeru	16
5.4. Homogenost temperature u aksijalnom smjeru	19
5.5. Ukupna homogenost temperature u zoni umjeravanja	19
6. Rezultati	20
6.1. Alkoholna kupka Kambič	20
6.1.1. Homogenost temperature u radijalnom smjeru	20
6.1.2. Homogenost temperature u aksijalnom smjeru	21
6.1.3. Stalnost temperature	21
6.1.4. Ukupna mjerna nesigurnost kupke	24
6.2. Vodena kupka Kambič	25
6.2.1. Homogenost temperature u radijalnom smjeru	25

6.2.2. Homogenost temperature u aksijalnom smjeru	25
6.2.3. Stalnost temperature	26
6.2.4. Ukupna mjerna nesigurnost kupke	28
6.3. Alkoholna kupka Isotech 915LW	29
6.3.1. Homogenost temperature u radijalnom smjeru	29
6.3.2. Homogenost temperature u aksijalnom smjeru	29
6.3.3. Stalnost temperature	30
6.3.4. Ukupna mjerna nesigurnost kupke	31
7. Zaključak	32
LITERATURA.....	33
PRILOZI	34

POPIS SLIKA

Slika 1: Prikaz temperaturnih gradijenata.....	3
Slika 2: Izotermalni blok za termostatirane kupke.....	4
Slika 3: Odabir mjesta umjeravanja	5
Slika 4: Primjer specifikacije mjernih mjesta	5
Slika 5: Mjerna linija	6
Slika 6: Kupka Kambič OB-50/LT-2	7
Slika 7: Termostatirana kupka Isotech 915LW.....	9
Slika 8: Presjek kupke Isotech sa objašnjenjem dijelova	10
Slika 9: Termometar korišten za umjeravanje	11
Slika 10: Otpornički most sa spojenim svim navedenim komponentama.....	13
Slika 11: Skica Kambič kupke s definiranim provrtima.....	16
Slika 12: Skica izotermalnog bloka.....	17
Slika 13: Stalnost temperature za -30°C – kupka Kambič/etanol.....	21
Slika 14: : Stalnost temperature za -20°C - kupka Kambič/etanol.....	22
Slika 15: Stalnost temperature za 0°C - kupka Kambič/etanol.....	22
Slika 16: Stalnost temperature za 10°C - kupka Kambič/etanol.....	23
Slika 17: Stalnost temperature za 20°C – kupka Kambič/voda	26
Slika 18: Stalnost temperature za 50°C - kupka Kambič/voda.....	26
Slika 19: Stalnost temperature za 80°C - kupka Kambič/voda.....	27
Slika 20: Stalnost temperature za -60°C - kupka Isotech.....	30
Slika 21: Stalnost temperature za -40°C - kupka Isotech.....	30

POPIS TABLICA

Tablica 1: Primjer tablice s podacima o zoni umjeravanja	5
Tablica 2: Specifikacije kupke Kambič OB-50/LT-2	8
Tablica 3: Specifikacije kupke Isotech 915LW	10
Tablica 4: Specifikacije otporničkog termometra	11
Tablica 5: Specifikacije komponente EOMOS03/01 – multipleksor	12
Tablica 6: Specifikacije komponente EOMOS03/02 – upravljačka jedinica multipleksora ...	12
Tablica 7: Specifikacije komponente EOMOS03/03 – otpornički most	13
Tablica 8: Radijalni gradijenti – kupka Kambič/etanol.....	20
Tablica 9: Aksijalni gradijenti – kupka Kambič/etanol.....	21
Tablica 10: Stalnost temperature za kupku Kambič/etanol	23
Tablica 11: Ukupna mjerna nesigurnost za kupku Kambič/etanol	24
Tablica 12: Radijalni gradijenti –kupka Kambič/voda.....	25
Tablica 13: Aksijalni gradijenti – kupka Kambič/voda.....	25
Tablica 14: Stalnost temperature za kupku Kambič/voda	27
Tablica 15: Ukupna mjerna nesigurnost za kupku Kambič/voda	28
Tablica 16: Radijalni gradijenti – kupka Isotech	29
Tablica 17: Aksijalni gradijenti – kupka Isotech	29
Tablica 18: Stalnost temperature za kupku Isotech.....	31
Tablica 19: Ukupna mjerna nesigurnost za kupku Isotech.....	31

POPIS OZNAKA:

Oznaka	Jedinica	Opis
u	mK	Mjerna nesigurnost
θ	°C	Temperatura
T	K	Temperatura
T_{avg}	K	Prosječna temperatura
T_{max}	K	Maksimalna temperatura
T_{min}	K	Minimalna temperatura
R	Ω	Otpor
n_0	-	Jedinični vektor

SAŽETAK

U sklopu ovog rada provedena su ispitivanja aksijalnih i radijalnih gradijenata te temperaturna stabilnost u radnom prostoru termostatisanih kupki:

1. Kambič OB-50/LT-2 – s etanolom (u temperaturnom području -30°C do 10°C)
Kambič OB-50/LT-2 – s vodom (u temperaturnom području 20°C do 80°C)
2. Isotech 915LW – s etanolom (u temperaturnom području -60°C do 20°C)

Ispitivanje kupki izvršeno je korištenjem dvaju odnosno triju termometara prema internoj metodi Laboratorija. U sklopu završnog rada biti će detaljnije opisani pojedini postupci ispitivanja te navedena mjerna oprema korištena pri samim ispitivanjima. Na osnovi rezultata mjerenja provedenih u laboratoriju, proračunati su doprinosi pojedinih kupki ukupnoj mjernoj nesigurnosti prilikom korištenja za umjeravanje termometara. U radu je također dan tablični i grafički prikaz rezultata provedenih ispitivanja. Na kraju rada su izneseni relevantni zaključci o rezultatima dobivenim ispitivanjem termostatisanih kupki.

Ključne riječi: termostatisana kupka, mjerna nesigurnost, temperaturni gradijenti

SUMMARY

This work is about examination of axial and radial gradients and temperature stability of thermostatic baths:

1. Kambič OB-50/LT-2 – ethanol (temperature range -30°C to 10°C)
Kambič OB-50/LT-2 – water (temperature range 20°C to 80°C)
2. Isotech 915LW - ethanol (temperature range -60°C to 20°C)

Baths examination was carried using two or three thermometers according to internal Laboratory method. As part of this work measuring procedures and used equipment will be precisely described.

Based on examination results, contributions of individual baths are calculated to total measurement uncertainty when calibrating thermometers.

Charts and diagrams based on the examination show inaccuracy in due to radial, axial gradients and temperature stability. In addition, relevant conclusions and outlook about the results of examination are presented.

Keywords: thermostatic bath, measures uncertainty, temperature gradients

1. Uvod

Tema završnog rada je ispitivanje karakteristika termostatisanih kupki koje se koriste kao zone kontrolirane temperature za umjeravanje termometara. Kupke koje će se u ovom završnom radu ispitati su:

1. Kambič OB-50/LT-2 – s etanolom (u temperaturnom području -30°C do 10°C)
Kambič OB-50/LT-2 – s vodom (u temperaturnom području 20°C do 80°C)
2. Isotech 915LW – s etanolom (u temperaturnom području -60°C do 20°C)

Umjeravanje termometara sadrži mnoge mjerne nesigurnosti, stoga one moraju biti pravilno utvrđene, te smanjene koliko je to moguće. To se može postići jedino ako imamo točan uvid u svojstva korištene kupke i njeno ponašanje pri zadanim uvjetima.

Dvije najvažnije mjeriteljske značajke ispitivanja su stalnost (stabilnost) i homogenost temperature.

Proizvođači kupki daju podatke koji često nisu potpuni niti dovoljno precizni za potrebe kvalitetnog umjeravanja termometara. Iz ovog razloga umjerna laboratoriji provode vlastita ispitivanja, kako bi osigurali kvalitetu svojih usluga.

Kada bi postojao opće prihvaćen postupak ispitivanja, korisnici bi tražene podatke o stalnosti i homogenosti kupke mogli pronaći u katalozima. Neovisno o tome jesu li ovi podaci dostupni ili ne, tijekom eksploatacije može doći do kvara ili promjene karakteristika opreme (kupke) pa je i to razlog zbog kojeg je potrebno provoditi periodička ispitivanja.

U ovom završnom radu korištena je metoda razvijena na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu u Laboratoriju za procesna mjerenja od strane prof. dr. sc. Davora Zvizdića i suradnika.

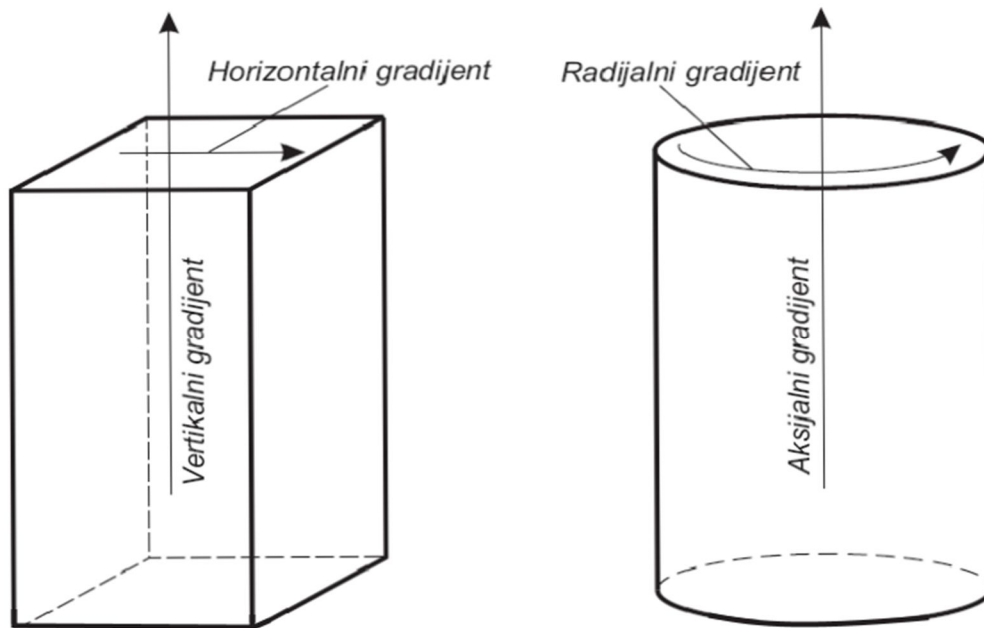
2. Općenito o ispitivanju termostatiranih kupki

Svrha ispitivanja termostatiranih kupki je utvrđivanje njihovih svojstava. Podaci o svojstvima kupke iz kataloga i tehničkih specifikacija proizvođača često nisu dovoljno precizni i pouzdani pa mjeriteljski laboratoriji provode vlastita ispitivanja. Problem leži u tome što još ne postoji standardizirani i opće prihvaćeni postupak ispitivanja, već mjeritelji sami na temelju potreba odabiru najpogodniju metodu.

Najvažnija svojstva kupke su temperaturna homogenost i vremenska stabilnost. Uz ova svojstva moguće je odrediti dinamiku zagrijanja i hlađenja no ta područja nisu obrađena u ovom završnom radu.

Ovisno o konstrukciji pojedine kupke, prvenstveno veličini, izolaciji i načinu cirkulacije medija vidljiva je međusobna razlika u homogenosti temperature. Važno je napomenuti da se neovisno o svemu navedenome prostorne razlike temperatura unutar medija uvijek pojavljuju (temperaturni gradijenti).

Temperaturni gradijenti koji se proučavaju u termostatiranim kupkama, u metodama koje će se u ovom radu primijeniti su vertikalni i horizontalni gradijenti. Međutim, u slučajevima kada su termostatirane kupke cilindričnog oblika ili se ispitivanje vrši uz upotrebu cilindričnog izotermalnog bloka, mnogo je primjerenije govoriti o aksijalnim i radijalnim gradijentima.



Slika 1: Prikaz temperaturnih gradijenata

Temperaturni gradijent predstavlja povećanje temperature u smjeru normale na izotermnu plohu. Stoga temperaturni gradijent nije ništa drugo nego vektor okomit na izotermnu plohu, s pozitivnim predznakom u smjeru povećanja temperature. Numerički izraženo, temperaturni gradijent je jednak derivaciji temperature θ po normali n :

$$\text{grad } \vartheta = \vec{n}_0 \cdot \lim_{n \rightarrow \infty} \frac{\Delta \vartheta}{\Delta n} = \vec{n}_0 \cdot \frac{\partial \vartheta}{\partial n}$$

gdje je : n_0 – jedinični vektor

$\frac{\partial \vartheta}{\partial n}$ – skalarna veličina temperaturnog gradijenta izražena u K/m

Gradijent temperature unutar termostatisirane kupke ili peći očituje se u promjeni temperature termometra zbog promjene njegovog položaja unutar same zone umjeravanja.

3. Zona umjeravanja

Zona umjeravanja je imaginarno prostorno područje unutar radnog prostornog područja kupke u kojem su smješteni etalonski termometri i termometri koje želimo umjeriti. Prilikom umjeravanja termometara kupka se može koristiti u kombinaciji s izotermalnim blokom ili bez izotermalnog bloka. U sklopu ovog završnog rada biti će obrađena oba slučaja.

3.1. Izotermalni blok

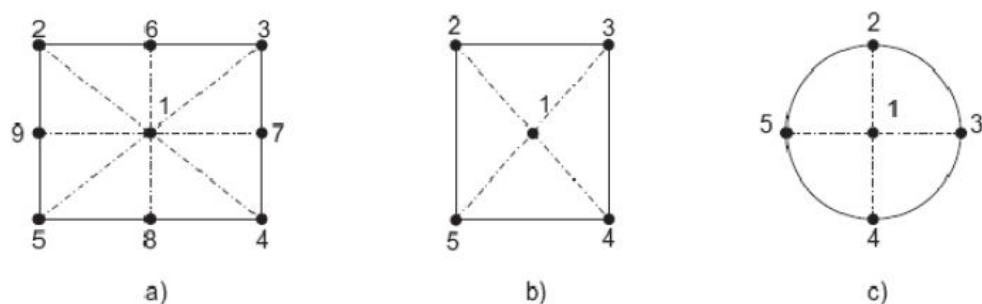


Slika 2: Izotermalni blok za termostatisane kupke

Izotermalni blok je cilindrični blok izrađen od bakra, u kojem su izbušena četiri provrta (slika 2). Provrta su namijenjeni za postavljanje termometara. Razlike temperatura između provrta određuju se pomoću etalonskih termometara, koji se za vrijeme ispitivanja premještaju iz jednog provrta u drugi, na način da se pokrate odstupanja jednog termometra u odnosu na drugi.

Mjesta testiranja unutar zone umjeravanja se odabiru prema obliku same zone i na temelju iskustva obzirom da ne postoje unaprijed definirana mjesta za smještaj termometra.

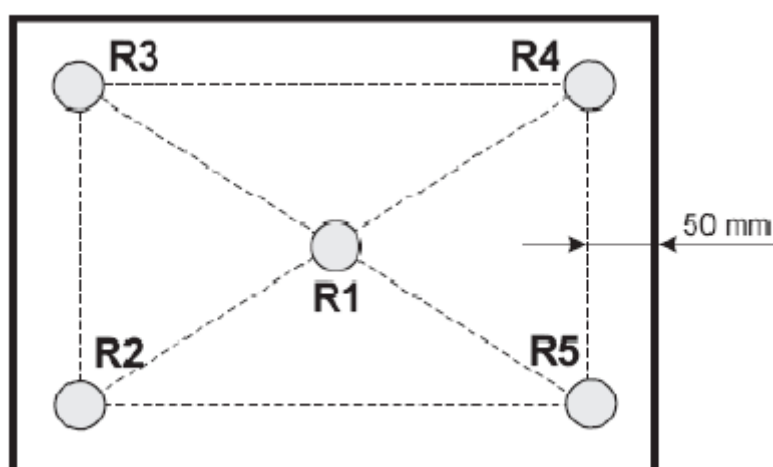
Mogući razmještaj mjernih mjesta prikazan je na slici 3.



Slika 3: Odabir mjesta umjeravanja

3.2. Kupka bez izotermalnog bloka

U slučaju kada se umjeravanje termometra vrši bez korištenja izotermalnog bloka, geometrija zone umjeravanja mora biti određena, uključujući podatke o zoni i mjernim pozicijama. Primjer zone umjeravanja prikazan je isprekidanom linijom na Slici 4, a njene dimenzije su date u Tablici 1:



Slika 4: Primjer specifikacije mjernih mjesta

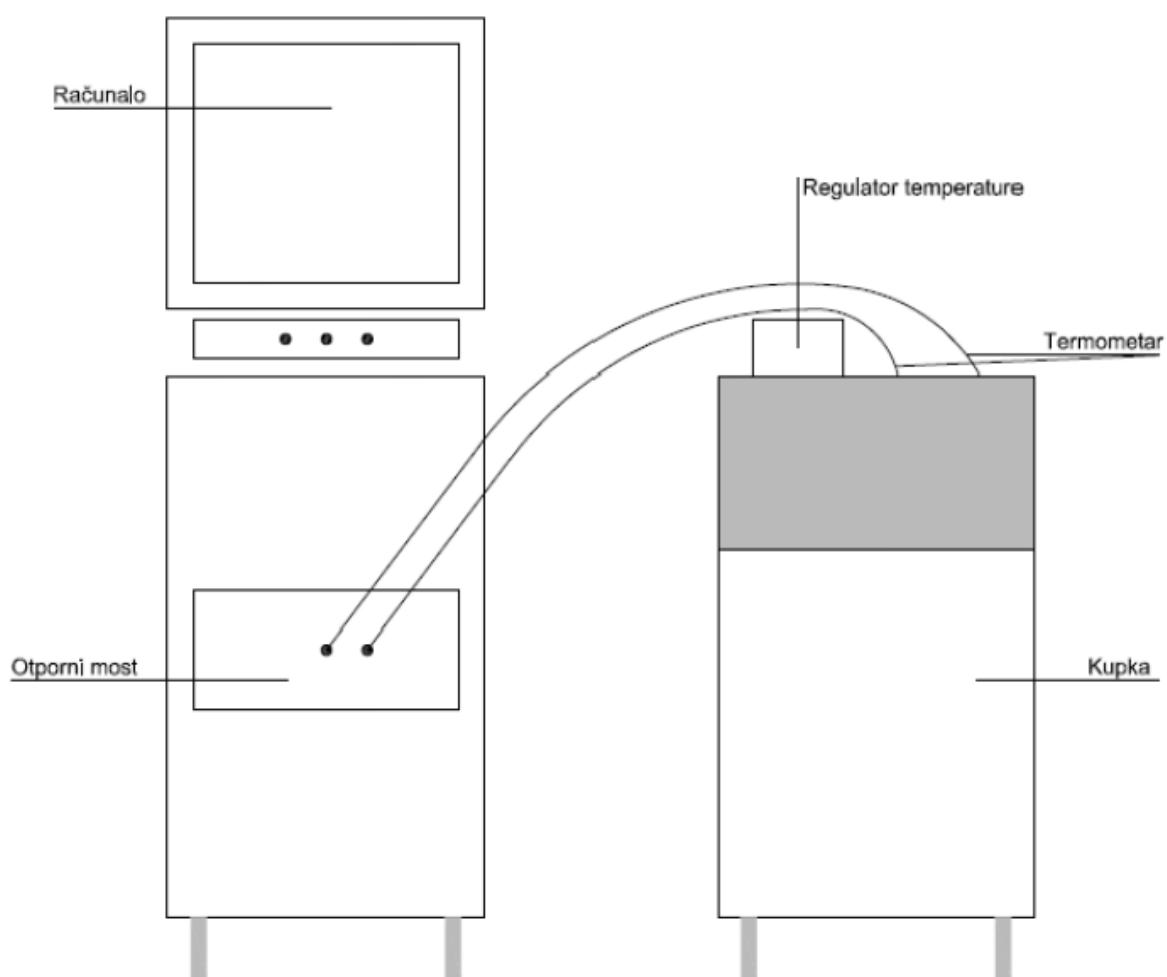
Dimenzije	Zona umjeravanja, mm	Radni volumen kupke, mm
Dužina, mm	150	225
Širina, mm	150	225
Dubina, mm	240	400
Referentna pozicija (RR):	R1	

Tablica 1: Primjer tablice s podacima o zoni umjeravanja

4. Korištena oprema

Oprema korištena u postupku ispitivanja sastavni je dio Laboratorija za Procesna mjerenja na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu.

Opći prikaz mjerne linije prikazan je na slici 5.



Slika 5: Mjerna linija

4.1. Termostatirana kupka Kambič OB-50/LT-2

Na kupki Kambič provedena su dva ispitivanja s dva različita radna medija. U prvom ispitivanju provedeno je mjerenje radnih karakteristika kupke s etanolom kao radnim medijem u temperaturnom režimu od -30°C do $+10^{\circ}\text{C}$ dok je drugo ispitivanje obavljeno s vodom kao radnim medijem i to u temperaturnom režimu od $+20^{\circ}\text{C}$ do $+80^{\circ}\text{C}$. Kupka je sastavni dio Laboratorija za mjerenje Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu. Prikaz i tehničke specifikacije kupke prikazane su slikom 6. i Tablicom 2.



Slika 6: Kupka Kambič OB-50/LT-2

Tehničke specifikacije		
Dimenzije [mm]	Širina	745
	Visina	1450
	Dubina	495
Radno područje [mm]	Promjer	φ320
	Dubina	400
Temperaturni opseg [°C]	-40 ...+ 130	
Stabilnost [°C]	+/- 0,003	
Brzina zagrijavanja	~ 0,3 °C/min	
Brzina hlađenja	~ 0,2 °C/min	
Snaga [W]	4200	
Težina [kg]	200	
Volumen fluida [l]	50	

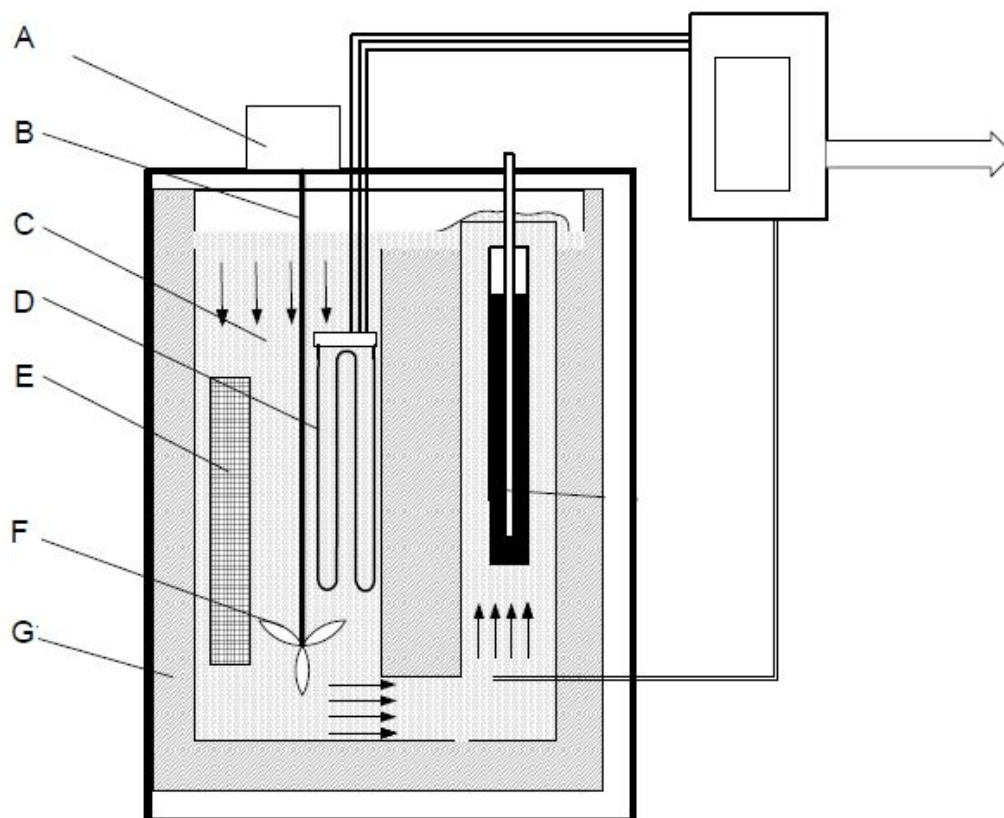
Tablica 2: Specifikacije kupke Kambič OB-50/LT-2

4.2. Termostatirana kupka Isotech 915LW

U kupki Isotech provedeno je ispitivanje s etanolom kao radnim medijem te je korišten izotermalni blok kao zona umjeravanja. Kupka je sastavni dio Laboratorija za mjerenje Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu. Prikaz i tehničke specifikacije kupke prikazane su slikom 7. i 8. te Tablicom 3.



Slika 7: Termostatirana kupka Isotech 915LW



A	Elektromotor snage 40 W
B	Vratilo
C	Alkohol
D	Električni grijač snage 1,5 kW
E	Isparivač vanjskog hladila
F	Miješalo
G	Kamena vuna

Slika 8: Presjek kupke Isotech sa objašnjenjem dijelova

Tehničke specifikacije		
Dimenzije [mm]	Širina	580
	Visina	1020
	Dubina	640
Radno područje [mm]	Promjer	φ98
	Dubina	400
Temperaturni opseg [°C]	-65 ...+ 40	
Stabilnost [°C]	+/- 0,0006	
Snaga [W]	1000	
Težina [kg]	90	
Volumen fluida [l]	7	

Tablica 3: Specifikacije kupke Isotech 915LW

4.3. Termometri za umjeravanje

U ispitivanju smo koristili otporničke termometre proizvođača Fluke. Oblikom su predviđeni za umetanje u radni fluid ili u provrt u krutom tijelu. U slučaju mjerenja u provrtu zračnost ne smije iznositi više od 1 mm. Povezuju se sa termometrijskim otporničkim mostom pomoću dvije žice. Za umjeravanje kupke korištena su tri termometra tipa Fluke 5628 internih oznaka u Laboratoriju:

1. Tepot 21
2. Tepot 20
3. Tepot 16



Slika 9: Termometar korišten za umjeravanje

Proizvođač	Fluke
Model	5628
Nominalni otpor osjetnika	25,5 Ω
Temperaturno područje	-200 °C do 661 °C
Točnost	6 mK do 1 5mK (u području -200 °C do 420 °C)
Dimenzije	Ø6.5 mm x 510 mm, spojni vodovi 2 m

Tablica 4: Specifikacije otporničkog termometra

4.4. Oprema za mjerenje otpora termometara

Oprema za mjerenje otpora termometara, korištena u ispitivanju, sastavljena je od slijedećih komponenti:

1. ASL 158 (EOMOS03/01 - multipleksor),
2. ASL 148 (EOMOS03/02 – komunikacijska i upravljačka jedinica multipleksora),
3. ASL F700 (EOMOS03/03 – termometrijski otpornički most)

Most u kombinaciji s multipleksorom i etalonskim fiksnim otporom služi za mjerenje otpora termometara. Most je povezan s računalom pomoću GPIB komunikacijskog sučelja. Na računalu je instaliran LabView program koji kontrolira rad multipleksora te očitava otpor s mosta i preračunava ga u pripadajuću temperaturu. Karakteristike komponenti i izgled kompletnog mosta prikazane su tablicama i slikom.

Tehničke specifikacije		
Proizvođač	ASL	
Model	SB 158	
Napajanje	220/240 Vac	
Frekvencija	47 - 63 Vac	
Max Va	60 Va	
Dimenzije [mm]	Širina	442
	Visina	88
	Dužina	295
Težina [kg]	7	

Tablica 5: Specifikacije komponente EOMOS03/01 – multipleksor

Tehničke specifikacije		
Proizvođač	ASL	
Model	SB 148	
Napajanje	220/240 Vac	
Frekvencija	47 - 63 Vac	
Max Va	60 Va	
Dimenzije [mm]	Širina	442
	Visina	133
	Dužina	295
Težina [kg]	7	

Tablica 6: Specifikacije komponente EOMOS03/02 – upravljačka jedinica multipleksora

Tehničke specifikacije		
Proizvođač	ASL	
Model	F 700	
Napajanje	220/240 Vac	
Frekvencija	47 - 63 Vac	
Max Va	60 Va	
Dimenzije [mm]	Širina	442
	Visina	88
	Dužina	295
Težina [kg]	7	
Radni uvjeti	0°C - 30°C, 10% - 90% RH	
Vrijeme mjerenja	10 sekundi za potpuni balans	
Linearnost	< +/- 1 zadnja decimala	
Točnost	0,25 mK puni raspon/ 6 mK do 1064°C ovisno o otporu	

Tablica 7: Specifikacije komponente EOMOS03/03 – otpornički most

Multipleksor ASL SB 148 (EOMOS03/02) i ASL 158 (EOMOS03/01) omogućava proširenje mjernih mjesta na ukupno 10 kanala. Na svaki kanal može se spojiti po jedan termometar. ASL F700 (EOMOS03/03) omogućava izvođenje vrlo preciznih mjerenja. Jedan je od najzastupljenijih otporničkih termometrijskih mostova u laboratorijima za umjeravanje na svijetu.



Slika 10: Otpornički most sa spojenim svim navedenim komponentama

5. Postupak ispitivanja

Općenito, postupak ispitivanja je sljedeći:

1. Od sobne temperature do prve točke testiranja: promatra se pad temperature (uz mogućnost bilježenja promjena) sve do ustaljenja temperature.
2. U točki testiranja (kod postignute i ustaljene željene temperature): određuju se homogenost (prostorni gradijenti temperature) i stalnost.
3. Prelazak na sljedeću temperaturu ispitivanja uz bilježenje promjena temperature sve do ponovnog postizanja stalne temperature itd.

Detaljan opis umjeravanja kupki nalazi se u nastavku rada te će za svaku kupku zasebno biti prikazani grafički i tablični rezultati mjerenja.

Prije početka samog postupka ispitivanja potrebno je zadovoljiti zadane uvjete okoliša u laboratoriju i provesti pripremu mjerenja.

5.1. Uvjeti okoliša i priprema mjerenja

Da bi postupak bio ispravan u laboratoriju moraju tijekom čitavog mjerenja biti zadovoljeni sljedeći uvjeti okoliša:

- a) Temperatura zraka mora biti između $+15^{\circ}\text{C}$ i $+35^{\circ}\text{C}$, s varijacijama manjim od $\pm 3^{\circ}\text{C}$ tijekom čitavog mjerenja.
- b) Relativna vlažnost tijekom mjerenja mora biti između 25% RH i 75% RH.

U svrhu pripreme za provedbu mjerenja, mjeritelj mora u okoliš termostatisane kupke postaviti uređaje za praćenje uvjeta okoliša i pričekati otprilike desetak minuta kako bi se uređaji stabilizirali. Ispitivanje se mora zaustaviti ako mjeritelj tijekom pregledavanja kupke ustanovi da je nemoguće izvesti mjerenje. U slučaju ako se dogodi nešto zbog čega ispitivanje postaje opasno, također je potrebno zaustaviti mjerenje. Osim navedenih mjera opreza, potrebno je odrediti temperaturene točke ispitivanja prema dogovoru s naručiteljem, skicirati raspored prostornih točaka unutar kupke u kojima se izvršava mjerenje te pripremiti termometre i ostalu opremu za rad.

5.2. Određivanje stalnosti temperature u kupki

Jedan od termometara postavlja se u proizvoljni provrt te se čeka dok se temperatura termometra ustali (dovede u stacionarno stanje), nakon čega se temperatura očitava u kratkim vremenskim intervalima u periodu od 30 minuta. Ovim postupkom se određuje 30 minutna stalnost temperature.

Doprinos mjernoj nesigurnosti umjeravanja termometara zbog stabilnosti temperature u radnom volumenu kupke određuje se pomoću slijedećeg izraza:

$$u_{stalnost} = \frac{1}{\sqrt{3}} (T_{avg} - |T_{max,min}|)$$

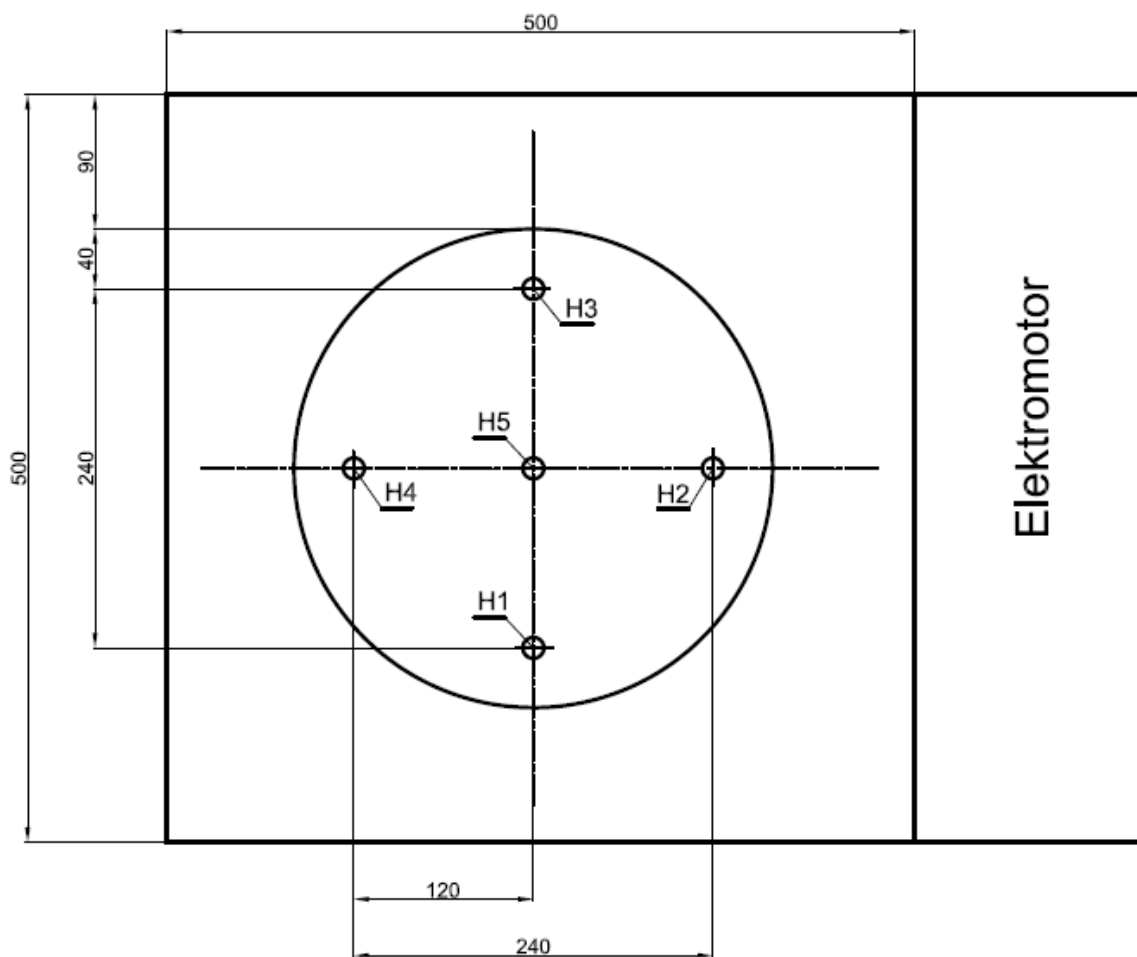
gdje je : T_{avg} – srednja temperatura unutar 30 minuta

$T_{max,min}$ – najveća ili najmanja temperatura očitana unutar 30 minuta

5.3. Homogenost temperature u radijalnom smjeru

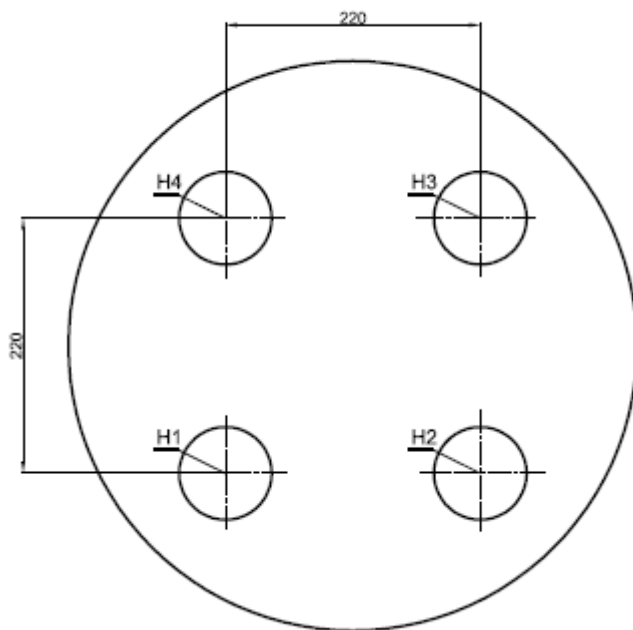
Kod ispitivanja radijalnih gradijenata bitno je odrediti hoće li se pri umjeravanju kupke koristiti izotermalni blok ili ne. U ovom radu radijalni gradijenti biti će određeni na oba načina, sa izotermalnim blokom i bez njega.

Kupka Kambič biti će ispitana bez izotermalnog bloka, stoga prije mjerenja moramo definirati zonu umjeravanja, odnosno moramo odrediti na kojim pozicijama će se nalaziti termometri. Skica Kambič kupke s definiranim provrtima prikazana je slikom 11.



Slika 11: Skica Kambič kupke s definiranim provrtima

Termostatirana kupka Isotech 915LW bit će ispitana korištenjem izotermalnog bloka. Na taj način provrti u koje će se postavljati termometri unaprijed su definirani. Slika 12. prikazuje tlocrt izotermalnog bloka s definiranim redoslijedom provrta koji se koristio kod umjeravanja kupke.



Slika 12: Skica izotermalnog bloka

U početku ispitivanja postavljaju se termometri u dva zadana provrta. Nakon što se očitavanja oba termometra ustale, provodi se 10 minutno bilježenje vrijednosti temperatura. Nakon toga se termometri zamijene u istim provrtima te se ponavlja mjerenje u trajanju od 10 minuta. Zamjenom termometara poništava se pogreška uzrokovana odstupanjem jednog termometra u odnosu na drugi. Odstupanje termometara nastaje kao posljedica mjerne nesigurnosti njihovog umjeravanja te vremenske promjene njihovih karakteristika. Nakon zamjene termometara moguće je precizno utvrditi temperaturne gradijente u ispitivanim provrtima. Ovaj se postupak ponavlja za sve ostale provrte na bloku.

Temperaturni gradijent između dvaju provrta računa se upotrebom slijedećeg izraza:

$$d\theta = \theta(R2) - \theta(R1) = \frac{[\theta(R2, T1) - \theta(R1, T2)] + [\theta(R2, T2) - \theta(R1, T1)]}{2}$$

odnosno u općem slučaju:

$$d\theta = \theta(RY) - \theta(RX) = \frac{[\theta(RY, TX) - \theta(RX, TY)] + [\theta(RY, TY) - \theta(RX, TX)]}{2}$$

Nakon što se na prikazani način odrede temperaturni gradijenti između svih provrta, odabire se najveći temperaturni gradijent za računanje mjerne nesigurnosti u radijalnom smjeru:

$$u_{RADIJALNI} = \frac{\alpha_{RG}}{\sqrt{3}} \rightarrow \alpha_{RG} = d\theta_{MAX}$$

gdje je: α_{RG} – najveća temperaturna razlika između provrta za traženu temperaturu

5.4. Homogenost temperature u aksijalnom smjeru

Postupak ispitivanja homogenosti temperature u aksijalnom smjeru vrlo se malo razlikuje između dviju ispitivanih kupki. Razlika je u tome što je kod ispitivanja Kambič kupke prvo mjerenje započeto s udaljenosti 20 mm od dna kupke, dok je kod ispitivanja u bloku, odnosno kod Isotech kupke prvo mjerenje očitano direktno s dna (udaljenost od dna je 0 mm).

Ispitivanje homogenosti temperature u aksijalnom smjeru provodi se s tri termometra uronjena na dno kupke, postavljena u proizvoljno izabrane provrte. Jedan od termometara ostaje tijekom cijelog mjerenja u početnom položaju te ga nazivamo referentnim dok se druga dva termometra podižu vertikalno prema gore u unaprijed određenim koracima. Na svakom koraku (točki) mjerenja bilježe se temperature u periodu od 10 minuta.

Zabilježenim vrijednostima temperatura provrta dodaju se ili oduzimaju razlike očitavanja termometara. Maksimalna vrijednost je najveća razlika između točaka mjerenja uz prethodno uračunata međusobna odstupanja termometara.

Mjerna nesigurnost u aksijalnom smjeru za traženu temperaturu je :

$$u_{AKSIJALNI} = \frac{\alpha_{AG}}{\sqrt{3}} \rightarrow \alpha_{AG} = d\theta_{MAX}$$

gdje je: α_{RG} – najveća temperaturna razlika između vertikalnih koraka za traženu temperaturu

5.5. Ukupna homogenost temperature u zoni umjeravanja

U svakoj pojedinoj temperaturnoj točki ispitivanja potrebno je odrediti radijalnu i aksijalnu homogenost temperature, kako bi se utvrdio njen doprinos ukupnoj mjernoj nesigurnosti umjeravanja termometara.

Ukupna homogenost temperature u zoni umjeravanja računa se kao korijen zbroja kvadrata radijalne i aksijalne homogenosti temperature:

$$u_{HOMOGENOSTI} = \sqrt{u_{RADIJALNI}^2 + u_{AKSIJALNI}^2}$$

6. Rezultati

Rezultati mjerenja homogenosti temperature u radijalnom i aksijalnom smjeru te stalnosti temperature prikazani su za svaku kupku zasebno u tabličnom obliku i grafički pomoću dijagrama.

6.1. Kupka Kambič s etanolom

Kupka Kambič s etanolom kao radnim medijem ispitana je u temperaturnom području od -30°C do $+10^{\circ}\text{C}$. Zbog boljeg uvida u ponašanje zone i veće točnosti postupka ispitivanja određene su četiri temperature na kojima će se ispitivati karakteristike kupke, a to su a) -30°C , b) -20°C , c) 0°C , d) 10°C .

6.1.1. Homogenost temperature u radijalnom smjeru

Analizom rezultata mjerenja provedenih u temperaturnim točkama -30°C , -20°C , 0°C i 10°C utvrđena je maksimalna mjerna nesigurnost zbog nehomogenosti temperature u radijalnom smjeru od 12 mK i to u najekstremnijim uvjetima, na temperaturi -30°C .

Homogenost temperature u radijalnom smjeru		
Ispitna temperatura $^{\circ}\text{C}$	a [mK]	Mjerna nesigurnost u [mK]
-30	20	12
-20	19	11
0	14	8
10	4	2
Maksimalna vrijednost	20	12

Tablica 8: Radijalni gradijenti – kupka Kambič/etanol

6.1.2. Homogenost temperature u aksijalnom smjeru

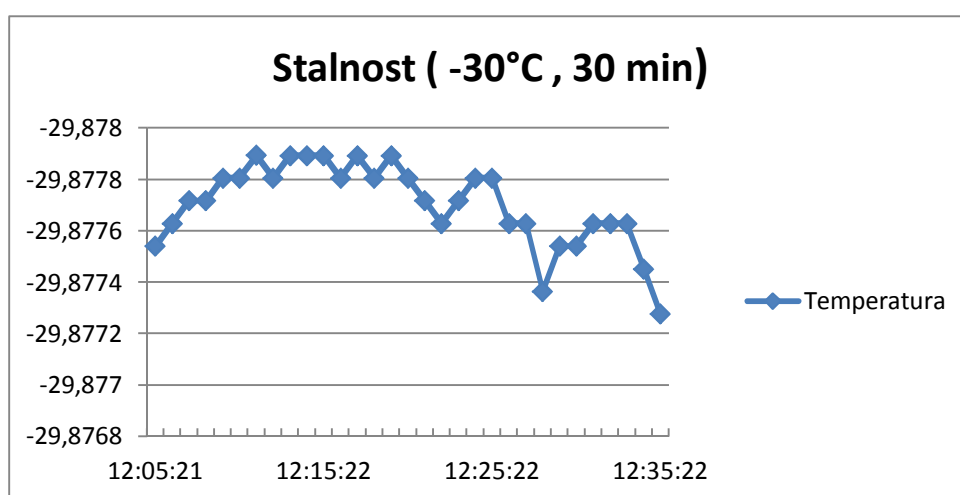
Analizom rezultata mjerenja provedenih u temperaturnim točkama $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$, $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$, $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ i $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ utvrđena je maksimalna mjerna nesigurnost zbog nehomogenosti temperature u aksijalnom smjeru od 8 mK i to u ekstremnim uvjetima na $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ i $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Homogenost temperature u aksijalnom smjeru		
Ispitna temperatura $^{\circ}\text{C}$	a [mK]	Mjerna nesigurnost u [mK]
-30	14	8
-20	14	8
0	2	1
10	1	1
Maksimalna vrijednost	14	8

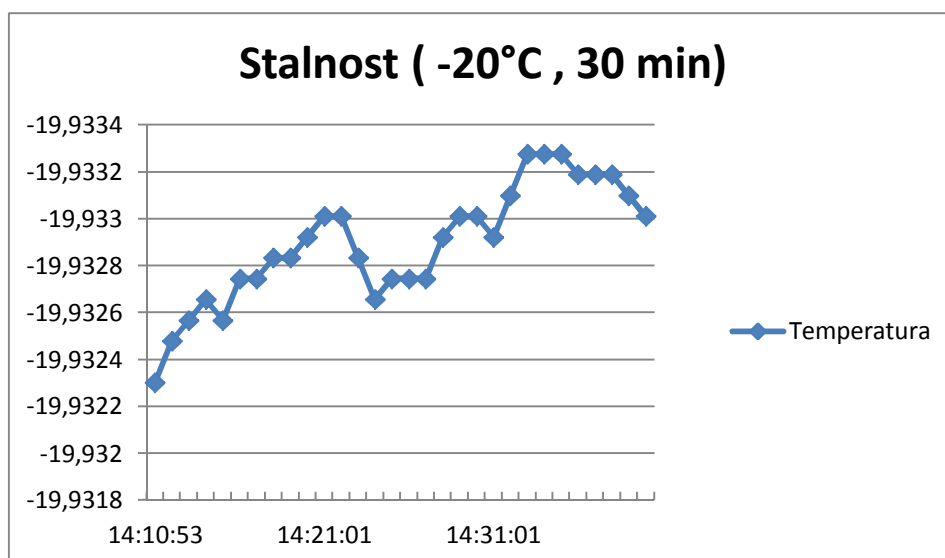
Tablica 9: Aksijalni gradijenti – kupka Kambič/etanol

6.1.3. Stalnost temperature

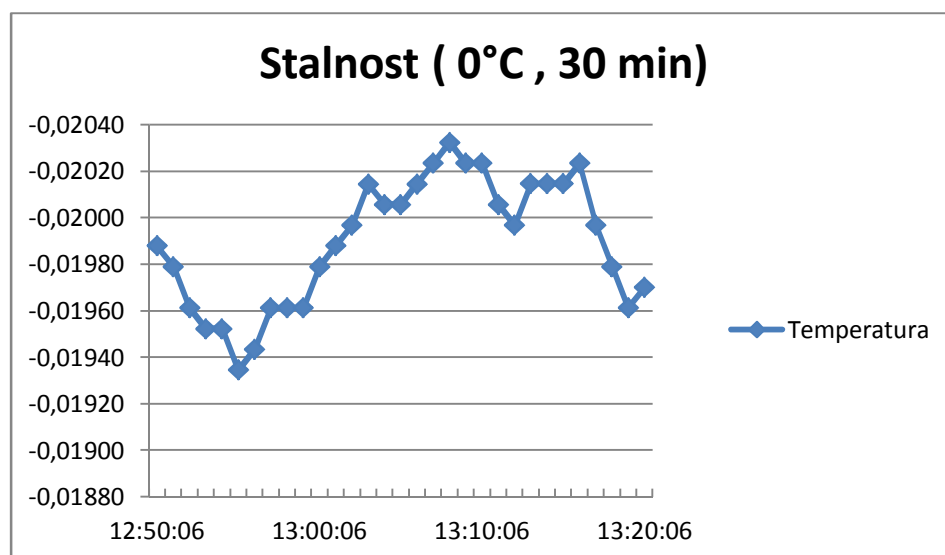
Rezultati ispitivanja stalnosti temperature pokazuju da je pri nižim temperaturama manja i mjerna nesigurnost.



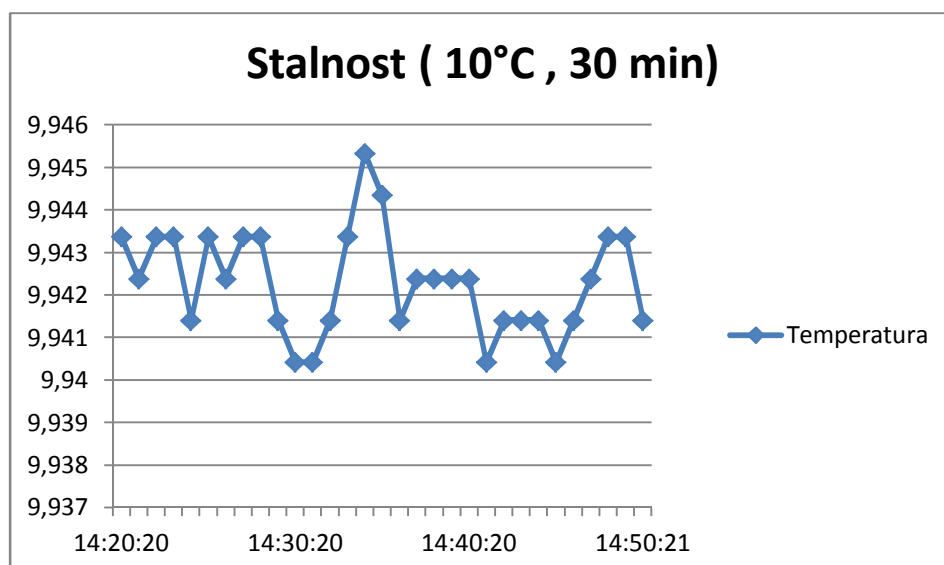
Slika 13: Stalnost temperature za $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ – kupka Kambič/etanol



Slika 14: : Stalnost temperature za -20°C - kupka Kambič/etanol



Slika 15: Stalnost temperature za 0°C - kupka Kambič/etanol



Slika 16: Stalnost temperature za 10°C - kupka Kambič/etanol

Stalnost temperature - 30 minuta				
Provrt	H5	Termometar	TEPOT 16	
Rezultati				
Ispitna temperatura [°C]	Okolišna temperatura [°C]	Raspon	a	u
		[mK]	[mK]	[mK]
-30	25	1	0	0
-20	25	1	0	0
0	25	1	0	0
10	25	5	2	1

Tablica 10: Stalnost temperature za kupku Kambič/etanol

6.1.4. Ukupna mjerna nesigurnost kupke

Analizom rezultata vidljivo je kako ukupnoj mjernoj nesigurnosti kupke najviše doprinose aksijalni i radijalni gradijenti. Nesigurnost zbog stalnosti temperature je zanemariva u odnosu na mjernu nesigurnost zbog temperaturnih gradijenata unutar kupke.

Ukupna nesigurnost kupke				
Temperatura [°C]	-30	-20	0	10
Nesigurnost zbog radijalnih gradijenata u (k=1), [mK]	12	11	8	2
Nesigurnost zbog aksijalnih gradijenata u (k=1), [mK]	8	8	1	1
Nesigurnost zbog stalnosti temperature u (k=1), [mK]	0	0	0	1
Ukupan doprinos nesigurnosti u (k=1), [mK]	14	14	8	2

Tablica 11: Ukupna mjerna nesigurnost za kupku Kambič/etanol

6.2. Kupka Kambič s vodom

Kupka Kambič s vodom kao radnim medijem ispitana je u temperaturnom području od 20°C do 80°C. Zbog boljeg uvida u ponašanje zone i veće točnosti postupka ispitivanja određene su tri temperature na kojima će se ispitivati karakteristike kupke, a to su a) 20°C , b) 50°C , c) 80°C.

6.2.1. Homogenost temperature u radijalnom smjeru

Analizom rezultata mjerenja provedenih u temperaturnim točkama 20 °C , 50 °C i 80°C utvrđena je maksimalna mjerna nesigurnost zbog nehomogenosti temperature u radijalnom smjeru od 12 mK i to u najekstremnijim uvjetima, na temperaturi 80 °C.

Homogenost temperature u radijalnom smjeru		
Ispitna temperatura °C	a [mK]	Mjerna nesigurnost u [mK]
20	6	3
50	6	3
80	20	12
Maksimalna vrijednost	20	12

Tablica 12: Radijalni gradijenti –kupka Kambič/voda

6.2.2. Homogenost temperature u aksijalnom smjeru

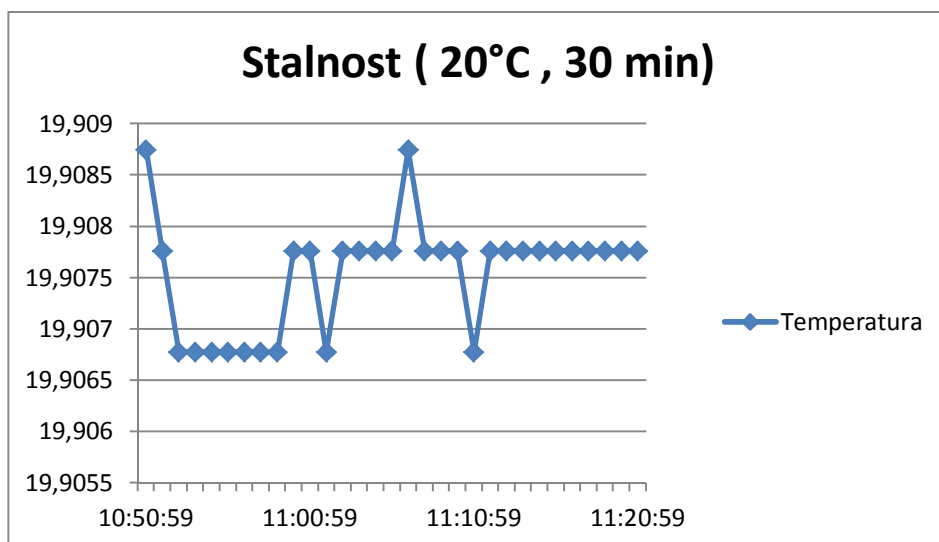
Analizom rezultata mjerenja provedenih u temperaturnim točkama 20 °C , 50 °C i 80°C utvrđena je maksimalna mjerna nesigurnost zbog nehomogenosti temperature u aksijalnom smjeru od 1 mK.

Homogenost temperature u aksijalnom smjeru		
Ispitna temperatura °C	a [mK]	Mjerna nesigurnost u [mK]
20	0	0
50	0	0
80	1	1
Maksimalna vrijednost	1	1

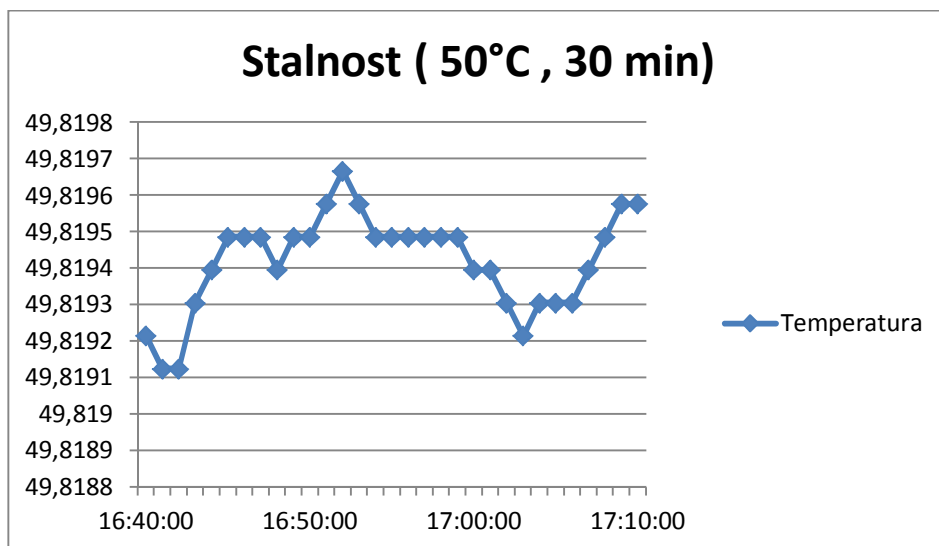
Tablica 13: Aksijalni gradijenti – kupka Kambič/voda

6.2.3. Stalnost temperature

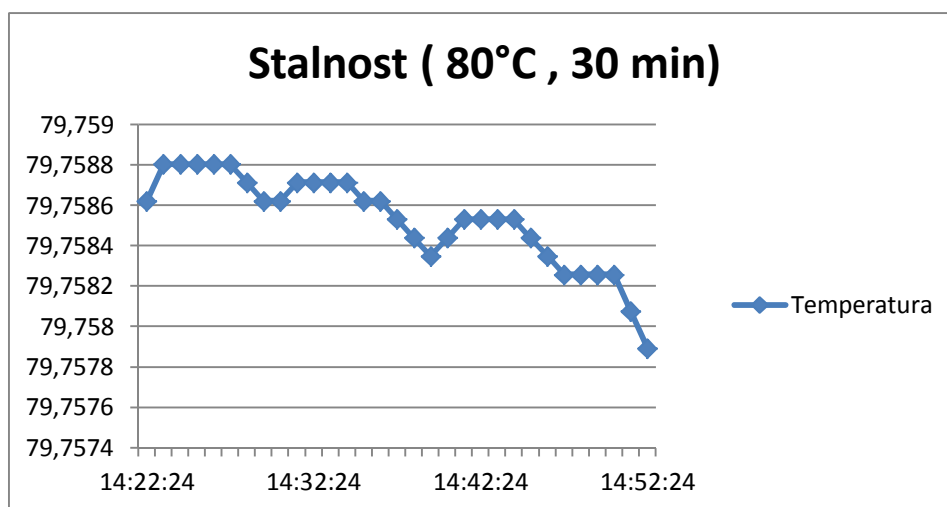
Rezultati ispitivanja stalnosti temperature pokazuju da je mjerna nesigurnost primjetna samo kod temperature 20°C.



Slika 17: Stalnost temperature za 20°C – kupka Kambič/voda



Slika 18: Stalnost temperature za 50°C - kupka Kambič/voda



Slika 19: Stalnost temperature za 80°C - kupka Kambič/voda

Stalnost temperature - 30 minuta				
Provrt	H5	Termometar	TEPOT 16	
Rezultati				
Ispitna temperatura [°C]	Okolišna temperatura [°C]	Raspon	a	u
		[mK]	[mK]	[mK]
20	25	2	1	1
50	25	1	0	0
80	25	1	0	0

Tablica 14: Stalnost temperature za kupku Kambič/voda

6.2.4. Ukupna mjerna nesigurnost kupke

Analizom rezultata vidljivo je kako ukupnoj mjernoj nesigurnosti kupke najviše doprinose radijalni gradijenti. Nesigurnost zbog aksijalnih gradijenata i stalnosti temperature je zanemariva u odnosu na mjernu nesigurnost zbog radijalnih unutar kupke.

Ukupna nesigurnost kupke			
Temperatura [°C]	20	50	80
Nesigurnost zbog radijalnih gradijenata u (k=1), [mK]	3	3	12
Nesigurnost zbog aksijalnih gradijenata u (k=1), [mK]	0	0	1
Nesigurnost zbog stalnosti temperature u (k=1), [mK]	1	0	0
Ukupan doprinos nesigurnosti u (k=1), [mK]	3	3	12

Tablica 15: Ukupna mjerna nesigurnost za kupku Kambič/voda

6.3. Kupka Isotech 915LW s etanolom

Kupka Isotech s etanolom kao radnim medijem predviđena je za ispitivanje u temperaturnom području od -60°C do 20°C no kako je kupka bila potrebna Laboratoriju za procesna mjerenja, ispitane su samo temperature -60°C i -40°C , odnosno temperaturno području u kojem se očekuju najveće oscilacije temperature.

6.3.1. Homogenost temperature u radijalnom smjeru

Analizom rezultata mjerenja provedenih u temperaturnim točkama -60°C i -40°C utvrđena je maksimalna mjerna nesigurnost zbog nehomogenosti temperature u radijalnom smjeru od 3 mK.

Homogenost temperature u radijalnom smjeru		
Ispitna temperatura $^{\circ}\text{C}$	a [mK]	Mjerna nesigurnost u [mK]
-60	1	1
-40	5	3
Maksimalna vrijednost	5	3

Tablica 16: Radijalni gradijenti – kupka Isotech

6.3.2. Homogenost temperature u aksijalnom smjeru

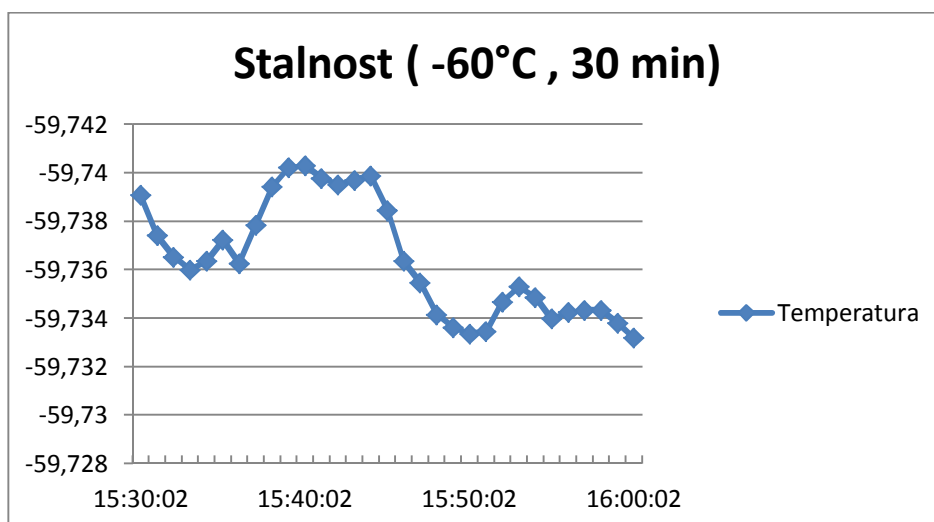
Analizom rezultata mjerenja provedenih u temperaturnim točkama 20°C , 50°C i 80°C utvrđena je maksimalna mjerna nesigurnost zbog nehomogenosti temperature u aksijalnom smjeru od 1 mK

Homogenost temperature u aksijalnom smjeru		
Ispitna temperatura $^{\circ}\text{C}$	a [mK]	Mjerna nesigurnost u [mK]
-60	3	2
-40	2	1
Maksimalna vrijednost	3	2

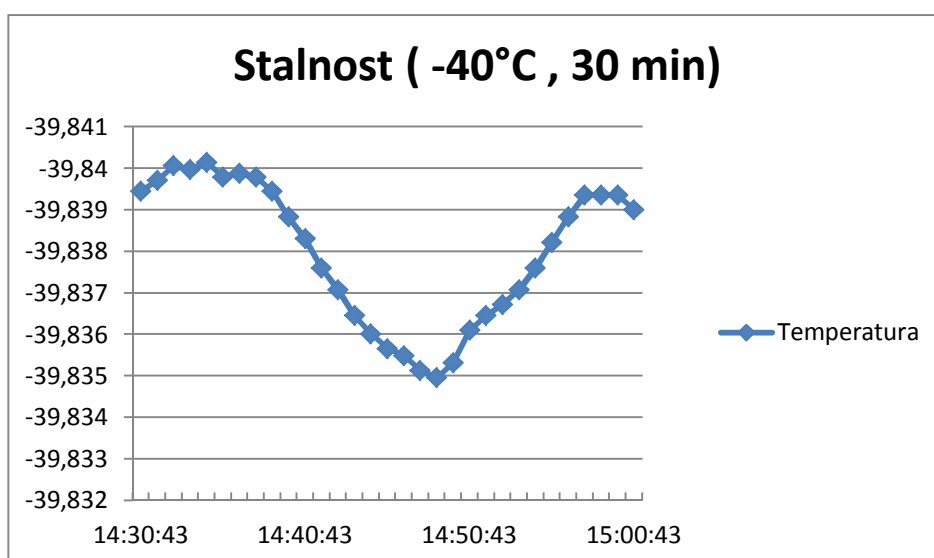
Tablica 17: Aksijalni gradijenti – kupka Isotech

6.3.3. Stalnost temperature

Rezultati ispitivanja stalnosti temperature prikazani su dijagramima na idućim slikama te su tablično prikazane vrijednosti mjernih nesigurnosti na temperaturama -60°C i -40°C .



Slika 20: Stalnost temperature za -60°C - kupka Isotech



Slika 21: Stalnost temperature za -40°C - kupka Isotech

Stalnost temperature - 30 minuta				
Provrt	H2/H1	Termometar	TEPOT 16	
Rezultati				
Ispitna temperatura [°C]	Okolišna temperatura [°C]	Raspon	a	u
		[mK]	[mK]	[mK]
-60	25	7	4	2
-40	25	5	3	1

Tablica 18: Stalnost temperature za kupku Isotech

6.3.4. Ukupna mjerna nesigurnost kupke

Analizom rezultata vidljivo je kako radijalni i aksijalni gradijenti te stalnost kupke podjednako doprinose ukupnoj mjernoj nesigurnosti.

Ukupna nesigurnost kupke		
Temperatura [°C]	-60	-40
Nesigurnost zbog radijalnih gradijenata u (k=1), [mK]	1	3
Nesigurnost zbog aksijalnih gradijenata u (k=1), [mK]	2	1
Nesigurnost zbog stalnosti temperature u (k=1), [mK]	2	1
Ukupan doprinos nesigurnosti u (k=1), [mK]	3	3

Tablica 19: Ukupna mjerna nesigurnost za kupku Isotech

7. Zaključak

Ispitivanja termostatisiranih kupki izvode se sa ciljem dobivanja točnog uvida u njihova svojstva i ponašanje u zadanim uvjetima kako bi se u njima što pouzdanije moglo izvoditi umjeravanje termometara.

Rezultati ovog ispitivanja pokazali su da su ispitane kupke ispravne i prikladne za umjeravanje termometara u slučajevima kada se zahtjeva visoka točnost umjeravanja.

Važno je napomenuti kako iskustvo „iz prve ruke“ ima veliku važnost kod mjerenja u laboratoriju te da niti jedan postupak umjeravanja ne može zamijeniti iskusnog laboranta. Jednako tako ne postoji idealan sistem umjeravanja koji bi bio potpuno vremenski stalan i bez temperaturnih gradijenata.

Na kraju treba napomenuti kako bi bilo jako korisno kada bi postojao međunarodno priznat i standardiziran postupak. Kada bi to bio slučaj, svatko bi mogao očitati tražene podatke o stalnosti i homogenosti kupke iz kataloga. To bi bilo od koristi kako za proizvođače, tako i za potrošače mjerne opreme.

LITERATURA

- [1] Nikola Radman, Ispitivanje karakteristika zona kontrolirane temperature, diplomski rad, FSB, Zagreb 2010.
- [2] Marin Mustać, Ispitivanje termostatirane vodene kupke za visokotemperaturni generator vlažnosti, završni rad, FSB, Zagreb, 2014.
- [3] Tomislav Veliki, Razvoj primarnog etalona temperature s novom metodom prenošenja sljedljivosti, doktorski rad, FSB, Zagreb, 2011.
- [4] Antun Jugović, Ispitivanje kupke za umjeravanje termometara, završni rad, FSB, Zagreb, 2015.

PRILOZI

1. CD-R disc